

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 02-243611
(43)Date of publication of application : 27.09.1990

(51)Int.Cl.

A61K 7/00

(21)Application number : 01-064498

(71)Applicant : KOBAYASHI KOSE CO LTD

(22)Date of filing : 16.03.1989

(72)Inventor : SHIMIZU TORU
SUZUKI KAZUHIRO

(54) COSMETIC

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain a cosmetic having excellent spread, application feeling, applicability and stability with neat feeling without tackiness containing addition product of fatty acid of sugars such as glucosamine or N-acetylglucosamine as oil-gelling agent.

CONSTITUTION: The aimed cosmetic contains addition product of fatty acid of sugars selected from glucosamine, N-acetylglucosamine and homopolymer or copolymer of said compounds having ≤10 degree of polymerization as oil-gelling agent. A compound obtained by hydrolysis of chitin and/or chitosan is preferable as sugars. Further, average degree of fatty acid substitution to sugars is preferably 1-3.5. Said cosmetic has excellent spread and neat feeling without tackiness, and excellent application feeling and applicability like as insensible of film thickness to finished film after make-up. Besides, said cosmetic has excellent shape-keeping state, stability and quality and is able to be prepared as product from gel-like to solid-like.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

⑨ 日本国特許庁 (JP) ⑩ 特許出願公開
⑪ 公開特許公報 (A) 平2-243611

⑫ Int. Cl.⁹
A 61 K 7/00

識別記号 庁内整理番号
F 7306-4C
R 7306-4C
J 7306-4C

⑬ 公開 平成2年(1990)9月27日

審査請求 未請求 請求項の数 3 (全5頁)

⑭ 発明の名称 化粧料

⑮ 特 願 平1-64498
⑯ 出 願 平1(1989)3月16日

⑰ 発 明 者 清 水 徹 埼玉県三郷市彦成3-11-2-802
⑱ 発 明 者 鈴 木 一 弘 埼玉県桶川市加納61-2
⑲ 出 願 人 株式会社小林コーポレーション 東京都中央区日本橋3-6-2
⑳ 代 理 人 弁理士 有賀 三幸 外2名

明細書

1. 発明の名称

化粧料

2. 特許請求の範囲

1. グルコサミン、N-アセチルグルコサミン及びこれらの直合度1.0以下の単独重合物又は共重合物から選ばれる糖類の脂肪酸付加物を含有することを特徴とする化粧料。

2. 糖類が、キチン及び/又はキトサンを加水分解して得られたものである請求項1記載の化粧料。

3. 糖類の平均脂肪酸置換度が1~3.5のものである請求項1又は2記載の化粧料。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は化粧料に関し、さらに詳細には、油ゲル化剤として特定の糖類の脂肪酸付加物を含有し、優れた使用感、使用性を有する化粧料に関する。

【従来の技術およびその課題】

従来、化粧料には様々な形態のものが知られており、その目的に応じて各種の油剤を適宜選択して使用している。

化粧料用油剤のうち、炭化水素油類、エステル油類、グリセライド油類などの液体油剤は、その性質により化粧料の官能特性に与える影響が大きく、例えば液体油が軽くなめらかであれば、それを反映して化粧料も軽い使用感となり、のびが良くなる。このため、これら液体油剤は、化粧料の使用時の軽さ、のびを良好とし、官能面での向上を目的として配合されている。また、液体油剤は化粧料にそれらのみで使用されることはほとんどなく、通常、化粧料の形態、化粧機能を考慮して他の半固体・固体の油剤や油ゲル化剤と共に用いられ、特に固形化粧料においては、形状保持のために固化剤として固形ワックス、油ゲル化剤が必須に配合されている。これは、液体油剤のみで用いるより、それをゲル化または固化させることによって安定性が向上し得ること、形状保持が可

能となり種々の形態となし得ること、使用性が一層向上し得ることなどのためである。そしてこのような目的での固化剤は、数多く知られているが、例えば炭化水素系の固体ワックス、デンプン脂肪酸エステル、金属セッケンなどの油ゲル化剤が汎用されている。

ところで、化粧料の官能特性として、感触的に使用時の軽さ、さっぱり感を有することは重要であり、特に近年、このことは一層望まれる傾向にある。このため、液体油剤でも低分子物質が用いられてきているが、液体油剤ばかりでなく固化剤の選択、さらに液体油剤の性質を防げない固化剤の使用も重要な要素となってくる。

しかしながら、従来の固化剤は、それぞれ有用ではあるものの、種々の欠点があり、充分満足できるものではなかった。すなわち、例えば固体ワックスを用いた場合、感触的に固さ、のびの重さや悪さなどを感じたり、固化成型後に液体油剤の分離現象などが発生することがあった。また、デンプン脂肪酸エステルを油ゲル化剤として用いた

ことを見出し、本発明を完成した。

すなわち、本発明は、グルコサミン、N-アセチルグルコサミン及びこれらの重合度10以下の単独重合物又は共重合物から選ばれる糖類の脂肪酸付加物を含有することを特徴とする化粧料を提供するものである。

本発明で用いられる糖類は、グルコサミン、N-アセチルグルコサミン及びこれらの平均重合度10以下の単独重合物又は両者が1-1、4結合により直鎖的にランダム配置された共重合物から選ばれるものである。これらのうち、特にキチン及び/又はキトサンから得られる平均重合度10以下の加水分解物が好ましい。これらは、甲殻類、節足動物等に多量に含まれる天然高分子キチンを、従来公知の方法、例えば濃塩酸で処理後中和し脱塩する方法や酵素を用いる方法等による加水分解反応と、必要に応じて漠アルカリ処理による脱アセチル化反応を行うことにより容易に得ることができる。

なお、糖類の平均重合度が11以上であると、

場合、非常に安定性の良いゲルが得られるものの、分子量が大きいため、これ自体の影響が化粧料に現れ、軽く、さっぱり感のある液体油剤を用いても化粧仕上がりに膜厚感やあぶらっぽさ、べたつきが感じられるという欠点があった。さらに、金属セッケンを用いた場合には、ゲルそのものの安定性が悪く、液体油剤が分離しやすいため、実際にこれのみで用いるのは難しかった。

このように、液体油剤が使用目的上良好であっても固化剤によって化粧料の使用感、安定性が大きく左右されるため、これらの点を満足した化粧料を得ることは困難であった。このため、液体油剤の性質に影響を与える、従前にも増して化粧料にとって好適な固化剤の開発が望まれていた。

〔課題を解決するための手段〕

斯かる実状において、本発明者らは継続研究を行った結果、特定の糖類に脂肪酸を付加させることによって得られる脂肪酸付加物は油ゲル化剤として極めて優れた性能を有し、これを含有した化粧料は使用感、使用性、安定性に優れたものであ

加熱しても液体油剤に溶解し難くなったり、良好なゲル化ができなくなるので、平均重合度は10以下であることが好ましい。

また、糖類に付加させる脂肪酸としては、糖の平均重合度と脂肪酸の付加量によって一概にはいえないが、炭素数が8~22の範囲のものが好ましく、例えばパルミチン酸、ステアリン酸、オレイン酸、イソパルミチン酸、イソステアリン酸等が挙げられる。

これら脂肪酸を糖類に付加させるには、エステル結合及びアミド結合を介して従来公知の方法により容易に得ることができる。例えば、糖類をビリジン中に分散させ、これに脂肪酸ハライドまたは脂肪酸無水物を加え、100℃前後で2~8時間反応させることにより得られ、この際脂肪酸ハライドまたは脂肪酸無水物の添加量、反応時間、反応温度を適宜調節することにより、脂肪酸の付加量を容易にコントロールできる。なお、本発明において、糖類に対する脂肪酸の付加量は特に限定されるものではないが、糖類の一単糖単位当た

りに脂肪酸が平均で1～3.5分子付加したものが好ましく、この範囲のものが特に良好なゲル形成能を有する。また、糖類の脂肪酸付加物は、その反応条件等により白色からから色の色相を有する粉末として得られるが、かっ色粉末は必要ならば従来公知の脱色方法、例えば活性炭、セライト等で処理することにより容易に白色粉末に精製することができる。

かくして得られた糖類の脂肪酸付加物は、油ゲル化剤として極めて優れた性能を有し、化粧料用液体油剤と加熱溶解した後、冷却することによって容易にゲル化し、形状保持性があって使用感の良いゲル状ないし固形状物を形成する。この際、液体油剤は、その種類を問わず、炭化水素油類、エステル油類、グリセライド油類など、いずれの場合であってもゲル化ないし固化させることができるものである。

本発明の化粧料は、前記糖類の脂肪酸付加物を常法により配合し、製造することができ、例えば糖類の脂肪酸付加物と液体油剤又は液体油剤を含

む油剤等とを混合し、加熱溶解して予めゲル状ないし固形状の組成物を調製し、次いでこれと他の化粧用成分とを混合、溶解、分散などすることにより得られる。また、糖類の脂肪酸付加物の配合量は、化粧料の種類、使用目的に応じ、特に限定されずに用いることができるが、固形状の化粧料の場合5～50重量%、特に7～30重量%が好ましい。5重量%未満では良好なゲル状ないし固形状物が得難く、50重量%を超えると硬くなりすぎるので好ましくない。

本発明の化粧料には、前記必須成分の他通常の化粧料に使用される成分、例えば前記以外の油剤、白色顔料、体质顔料、着色顔料、有機粉末、パール剤、タール色素、界面活性剤、高分子化合物、前記以外のゲル化剤、紫外線吸収剤、酸化防止剤、防腐剤、多価アルコール類、香料、美容成分などを適宜選択して用いることができ、基礎化粧料、メーキャップ化粧料、頭髪化粧料など、各種の化粧料として適用することができる。

〔実施例〕

次に参考例および実施例を挙げて本発明を説明するが、これらは本発明を何ら限定するものではない。

参考例

以下の方法により、糖類の脂肪酸付加物を製造し、試料とした。

試料①

N-アセチルグルコサミン（シグマ社製）5gをピリジン55mlに加え、攪拌しながら100℃に加熱し、ステアリン酸クロライド12gを滴下した後、3時間反応させた。反応終了後ピリジンを留去し、約50mlのメタノールで洗浄後、50℃で10時間減圧乾燥してかっ色粉末の生成物8.5gを得た。この生成物の脂肪酸置換度（糖類の一単糖単位当たりに付加した脂肪酸の分子数）を表わす。以下同様）は元素分析法により1.01であった。

試料②

グルコサミン（シグマ社製）5gをピリジン55mlに加え、攪拌しながら100℃に加熱し、

ステアリン酸クロライド12gを滴下した後、3時間反応させた。反応終了後ピリジンを留去し、約50mlのメタノールで洗浄後、50℃で10時間減圧乾燥して、かっ色粉末の生成物9.1gを得た。この生成物の脂肪酸置換度は元素分析法により1.08であった。

試料③

分子量約180,000、脱アセチル化度80%のキトサン20gに6Nの塩酸380gを加え、70℃で6時間攪拌しながら加水分解反応を行なった。反応終了後400mlの水を加えて希釈、通過して不溶物を除去し、滤液をロータリーエバボレーターで減圧濃縮、乾固して得た粉末をメタノールで分離した後、可溶性成分を乾固して重合度0～5、主に2～3のキトサン加水分解物6.0gを得た。

次に、該加水分解物5gをピリジン55mlに加え、攪拌しながら100℃に加熱し、パルミチン酸クロライド12gを滴下した後、3時間反応させた。反応終了後ピリジンを留去し、約50mlの

メタノールで洗浄後、50℃で10時間減圧乾燥して、かっ色粉末の生成物9.5gを得た。この生成物の脂肪酸置換度は元素分析法により1.16であった。

試料④

平均分子量約500,000、脱アセチル化度12%のキチン10gに濃塩酸190mlを加え、40℃で2時間攪拌しながら加水分解反応を行なった。反応終了後1Nの水酸化ナトリウムで中和し、通過して不溶物を除去した滤液を内径4.4cm、長さ100cmの活性炭ーセライトカラムに通液して目的物質を吸着後、滤液の2倍量の水でカラム内を洗浄し、30%エタノール溶液200mlを通液して目的物質を溶離させ、次いで該溶液をエバボレーターで50℃にて減圧濃縮し、乾固して置合度が1~5、主に2~3のキチン加水分解物3.0gを得た。

次に、該加水分解物2gをビリジン22mlに加え、攪拌しながら100℃に加热し、ステアリン酸クロライド4.8gを滴下後、3時間反応させた。

| | |
|---------------|------|
| (5) セテルオクタノート | 20.0 |
| (6) 流動パラフィン | 44.0 |

(製法)

成分(1)~(3)を混合、粉碎して均一にする。これを成分(5)と(6)の混合物に成分(4)を加えて加热溶解、冷却した中に添加した後、十分混練して均一分散する。次いで容器に注し込み充填して油性ファンデーションを得た。

比較例1 油性ファンデーション

実施例1の成分(4)の油ゲル化剤に代えてデンブン脂肪酸エステルを用いた以外は実施例1と同様にして油性ファンデーションを得た。

以上の如くして得られた実施例1及び比較例1の油性ファンデーションを用いて使用テストを行ない、比較評価した。表1にその結果を評価項目と共に次の評価基準をもって示した。

(評価基準)

- ◎ : 非常に良好
- : 良好
- △ : やや悪い

反応終了後ビリジンを留去し、約20mlのメタノールで洗浄後、50℃で10時間減圧乾燥して、かっ色粉末の生成物3.6gを得た。この生成物の脂肪酸置換度は元素分析法により1.05であった。

試料⑤

N-アセチルグルコサミン(シグマ社製)5gをビリジン55mlに加え、攪拌しながら100℃に加热し、ステアリン酸クロライド26gを滴下した後、3時間反応させた。反応終了後ビリジンを留去し、約50mlのメタノールで洗浄後、50℃で10時間減圧乾燥してかっ色粉末の生成物14.5gを得た。この生成物の脂肪酸置換度は元素分析法により2.36であった。

実施例1 油性ファンデーション

| (成分) | (重量%) |
|------------------------|-------|
| (1) 酸化チタン | 14.0 |
| (2) マイカ | 3.0 |
| (3) 着色顔料 | 3.0 |
| (4) N-アセチルグルコサミンステアレート | 16.0 |
| (参考例で製造した試料①) | |

× : 悪い

表1

| | 実施例1 | 比較例1 |
|------------|------|------|
| さっぱり感 | ◎ | ○ |
| べたつき感のなさ | ◎ | ○ |
| のび抜がり | ◎ | ○ |
| 化粧膜の膜厚感のなさ | ◎ | × |
| 化粧もち | ○ | ○ |

表1の結果から明らかなように、本発明品である実施例1の油性ファンデーションは、比較例1の油性ファンデーションに比較し、使用時にべたつきがなく、さっぱりした感触を有し、のび抜がりがよく、化粧後の仕上がり膜に膜厚感を感ぜず、また化粧もちも良好であって、使用感、使用性に優れたものであった。

実施例2 ベースト状口紅

| (成分) | (重量%) |
|----------------------|-------|
| (1) 酸母チタン | 10.0 |
| (2) 着色顔料 | 7.0 |
| (3) キトサン加水分解物・バルミテート | |

| | |
|----------------------|------|
| (参考例で製造した試料①) | 25.0 |
| (4) マイクロクリスチヤンワックス | 7.0 |
| (5) セチルイソオクタネート | 20.0 |
| (6) トリイソステアリン酸グリセライド | |
| | 31.0 |

(製法)

成分(1)及び(2)を混合、粉碎して均一にする。これを成分(3)～(6)を混合、加熱溶解した後、冷却した中に添加し、十分混練して均一にする。次いで容器に流し込み充填してペースト状口紅を得た。

以上の如くして得られた本発明のペースト状口紅は、べたつきがなく、さっぱりとした感触を持ち、のびが良く、良好な使用感、使用性を有するものであり、また安定性も良好であった。

実施例3 ゲル状アイシャドウ

| (成分) | (重量%) |
|------------------------|-------|
| (1) 雪母チタン | 25.0 |
| (2) 酸化鉄雪母チタン | 15.0 |
| (3) 着色顔料 | 5.0 |
| | 30.0 |
| (4) ラノリン | 10.0 |
| (5) N-アセチルグルコサミンステアレート | 5.0 |
| (参考例で製造した試料①) | 25.0 |
| (6) ビタミンEアセテート | 0.5 |

(製法)

成分(1)～(6)を混合、加熱溶解した後、容器に流し込み充填、成型してアイスティックを得た。

以上の如くして得られた本発明のアイスティックは、べとつきがなく、さっぱりとした感触を有するなど、使用感、使用性が良好なものであり、また成型状態が良く、安定性も良好であった。

〔発明の効果〕

以上詳述した如く、本発明の化粧料は、粘性の脂肪酸付加物を油ゲル化剤として含有することにより、べとつきがなくさっぱりした感触を有してのびが良く、化粧後の仕上がり肌に潤厚感を感じさせないなどの優れた使用感・使用性を有し、ま

| | |
|---------------------|------|
| (4) グルコサミンステアレート | |
| (参考例で製造した試料②) | 30.0 |
| (5) 液動バラフィン | 10.0 |
| (6) トリイソステアリン酸グリセリン | |
| | 15.0 |

(製法)

成分(1)～(3)を混合、粉碎して均一にする。これを成分(4)～(6)を混合、加熱溶解した後、冷却した中に添加し、十分混練して均一分散する。次いで容器に流し込み充填してゲル状アイシャドウを得た。

以上の如くして得られた本発明のゲル状アイシャドウは、さっぱりとした感触を有し、密着性があってうすい化粧膜を形成でき、使用感や使用性が良好なものであり、また安定性も良好なものであった。

実施例4 アイスティック

| (成分) | (重量%) |
|---------------------|-------|
| (1) スクワラン | 29.5 |
| (2) トリイソステアリン酸グリセリン | |

た保形状態が良く、安定性が良好であり、ゲル状から固形状の製品として調製できる等、優れたものであり、従来にも増して品質の高い化粧料が提供できるようになった。

以上

出願人 富士精機株式会社

代理人 弁理士 有賀三幸

弁理士 高野登志雄

弁理士 中嶋俊夫